

1) Family number: 19635289 (GB663691 A)

| |  | full-text | status | citations |  |  |**Title:** A process for the manufacture of methylchlorosilanes**Family:** family explorer

	Publication number	Publication date	Application number	Application date	Links
DE842057 C	19520623	DE1950D006049	19500923	  	
FR99729 A	19520204		19491119	  	
GB663691 A	19511227	GB19490030753	19491130	  	

Assignee(s): DOW CORNING ; DOW CORNING LTD**Inventor(s):** CLARK HAROLD ARTHUR**International class (IPC 8):** C07F7/12 (Advanced/Invention);
C07F7/00 (Core/Invention)**International class (IPC 1-7):** C07F7/12**European class:** C07F7/12M6**Abstract:**

Source: GB663691 A Methylchlorosilanes of the general formula $(CH_3)_xSiCl_4-x$, where x is 2 or 3, are prepared by heating a mixture of phenyldimethylchlorosilane and diphenyldichlorosilane and/or phenyltrichlorosilane in the presence of less than 50 per cent by weight of aluminium chloride based on the weight of chlorosilanes at a temperature of from 180 DEG to 250 DEG C. The preferred proportion of aluminium chloride is from 0.001 to 10 per cent by weight based on the weight of the total chlorosilanes. The phenyldimethylchlorosilane and the phenyldichlorosilanes may be reacted in equimolecular proportions. Diphenyldichloro- and triphenylchlorosilanes are also obtained. A number of examples are given.

THIS PAPER IS PROPERTY OF THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE (USPTO)

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WiGBL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
23. JUNI 1952

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 842 057

KLASSE 120 GRUPPE 2603

D 6049 IVc/120

Harold Arthur Clark, Midland, Mich. (V. St. A.)
ist als Erfinder genannt worden

Dow Corning Corporation, Midland, Mich. (V. St. A.)

Verfahren zur Herstellung von Dimethyldichlor- und Trimethylchlorsilan

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 23. September 1950 an
Patentanmeldung bekanntgemacht am 25. Oktober 1951

Patenterteilung bekanntgemacht am 8. Mai 1952

Die Priorität der Anmeldung in den V. St. v. Amerika vom 23. Februar 1949 ist in Anspruch genommen

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Dimethyldichlorsilan und Trimethylchlorsilan.

Bei der Herstellung von Phenylmethyldichlorsilan mit Hilfe der bekannten Grignard-Methode werden auch triorganosubstituierte Silane erhalten. Unter diesen Reaktionsprodukten befindet sich aber eine beträchtliche Menge von Phenylmethyldichlorsilan. Solche Triorganosilane werden zwar bei der Herstellung von Siloxanen verwendet, ihr Anwendungsbereich ist aber nicht so groß wie der der Diorganosilane. Es ist daher erwünscht, diese Triorganosilane in die gebräuchlicheren Diorganosilane umzuwandeln.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren, um Phenylmethyldichlorsilane in Methylchlorsilane umzuwandeln, vor allem die wirtschaftliche Herstellung von Dimethyldichlorsilan.

Erfundungsgemäß werden Phenylmethyldichlorsilan und ein Phenylchlorsilan der allgemeinen Formel $(C_6H_5)_xSiCl_{4-x}$, worin x einen Wert von 1 bis 2 darstellt, zusammen mit einer kleineren Menge Aluminiumchlorid bei einer Temperatur von 180 bis 250° erhitzt. Als Reaktionsprodukte werden Trimethylchlorsilan und Dimethyldichlorsilan erhalten.

Wird eine Mischung von Phenylmethyldichlorsilan und Phenyltrichlorsilan oder eine Mischung

von Phenylidimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan oder ein Gemisch aus diesen drei Ausgangsstoffen zusammen unter den obengenannten Bedingungen mit. Aluminiumchlorid erhitzt, so treten sie unter Bildung von Trimethylchlorsilan und Dimethylchlorsilan miteinander in Reaktion. Der genaue Reaktionsvorgang ist noch nicht vollständig bekannt. Es hat jedoch den Anschein, daß das Diphenyldichlorsilan und das Phenyltrichlorsilan als Phenylempfänger und Chlorspender fungieren. Im Laufe der Reaktion wird eine Phenylgruppe von dem Phenylidimethylchlorsilan an das Phenyltrichlorsilan oder an das Diphenyldichlorsilan abgegeben, wodurch Diphenyldichlorsilan bzw. Triphenylchlorsilan entsteht. Diese Produkte sowie das Aluminiumchlorid bleiben nach Entfernung der Methylchlorsilane als Rückstand übrig.

Die erfundungsgemäß zur Anwendung gelangende Menge Aluminiumchlorid beträgt weniger als 50%. Es stellt jedoch keinen Vorteil dar, mehr als 10 Gewichtsprozent an Aluminiumchlorid, bezogen auf die Gesamtmenge der Silane, zu verwenden. Vorzugsweise wird der Katalysator in einer Menge von 0,001 bis 10 Gewichtsprozent verwendet.

Die Reaktion des Phenylidimethylchlorsilans in Gegenwart von Aluminiumchlorid findet bei Temperaturen zwischen 180 und 250° statt. Kommen höhere Temperaturen zur Anwendung, so beginnt ein Teil der Phenylsilane unter Bildung von Phenylengruppen zu kondensieren. Dadurch wird die Ausbeute an den gewünschten Methylchlorsilanen verringert. Es ist aus diesem Grunde zweckmäßig, mit Temperaturen zwischen 180 und 210° bei Normaldruck zu arbeiten.

Das Mengenverhältnis der zur Reaktion gelangenden Chlorsilane spielt keine große Rolle. Trotzdem ist es zweckmäßig, das Phenylidimethylchlorsilan und das Phenylchlorsilan in äquimolaren Mengen in Reaktion zu bringen. Werden äquimolare Mengen an Silanen verwendet, dann kann mit einer besonders günstigen Ausbeute an den gewünschten Methylchlorsilanen gerechnet werden.

Die Reaktion kann mit Hilfe jeder geeigneten Vorrichtung, z. B. in einem Destillierkessel, ohne weiteres durchgeführt werden. Die Methylchlor-

silane können abdestilliert und gesammelt werden, wobei die weniger flüchtigen Phenylchlorsilane als Rückstand verbleiben.

Der Anwendungsbereich der erfundungsgemäß 50 als Reaktionsprodukte gewonnenen Methylchlorsilane ist hinreichend bekannt.

Die folgenden, die Erfundung beschreibenden Beispiele sollen der näheren Erläuterung dienen:

Beispiel 1

Eine Mischung aus 136,5 g Phenyltrichlorsilan, 120,5 g Phenylidimethylchlorsilan und 2,5 g Aluminiumchlorid wird in einen Destillierkessel gegeben und bei Normaldruck 24 Stunden lang erhitzt, wobei die Temperatur im Kessel 200 bis 253° beträgt. Während dieser Zeit wird ein Destillat bei einer Dampftemperatur zwischen 50 und 73° erhalten. Dieses Destillat wird nochmals destilliert, wobei gefunden wird, daß es 33 g Trimethylchlorsilan, Kp. 57°, und 36,6 g Dimethylchlorsilan, Kp. 70°, enthält.

Beispiel 2

Eine äquimolare Mischung von Phenylidimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan wird in einen Destillierkessel unter Zufügung von 2 Gewichtsprozent Aluminiumchlorid gegeben. Die Mischung wird daraufhin 24 Stunden lang erhitzt, wobei die Temperatur im Kessel bei Normaldruck 180 bis 200° beträgt. Ein Destillat wird erhalten, das aus Dimethylchlorsilan und Trimethylchlorsilan besteht. Der Rückstand enthält Triphenylchlorsilan.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Dimethylchlor- und Trimethylchlorsilan, dadurch gekennzeichnet, daß man Phenylidimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan und/oder Phenyltrichlorsilan, vorzugsweise in äquimolaren Mengen, in Gegenwart von kleineren Mengen Aluminiumchlorid auf eine Temperatur von 180 bis 250° erhitzt, wobei das Aluminiumchlorid vorteilhaft in Mengen von 0,001 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Chlorsilane, angewandt wird.